



2814 0430  
11/8/02

Please type a plus sign (+) inside this box → ☐

PTO/SB/21 (08-00)  
Approved for use through 10/31/2002. OMB 0651-0031  
U.S. Patent and Trademark Office: U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE  
Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

<b>TRANSMITTAL FORM</b> (to be used for all correspondence after initial filing)	Application Number	10/065,552	
	Filing Date	10/29/2002	
	First Named Inventor	Shigeru Sawada	
	Group Art Unit	(to be assigned)	
	Examiner Name	(to be assigned)	
Total Number of Pages in This Submission	17	Attorney Docket Number	39.002-AG

ENCLOSURES (check all that apply)		
<input type="checkbox"/> Fee Transmittal Form <input type="checkbox"/> Fee Attached <input type="checkbox"/> Amendment / Reply <input type="checkbox"/> After Final <input type="checkbox"/> Affidavits/declaration(s) <input type="checkbox"/> Extension of Time Request <input type="checkbox"/> Express Abandonment Request <input type="checkbox"/> Information Disclosure Statement <input checked="" type="checkbox"/> Certified Copy of Priority Document(s) <input type="checkbox"/> Response to Missing Parts/Incomplete Application <input type="checkbox"/> Response to Missing Parts under 37 CFR 1.52 or 1.53	<input type="checkbox"/> Assignment Papers (for an Application) <input type="checkbox"/> Drawing(s) <input type="checkbox"/> Licensing-related Papers <input type="checkbox"/> Petition <input type="checkbox"/> Petition to Convert to a Provisional Application <input type="checkbox"/> Power of Attorney, Revocation Change of Correspondence Address <input type="checkbox"/> Terminal Disclaimer <input type="checkbox"/> Request for Refund <input type="checkbox"/> CD, Number of CD(s) _____	<input type="checkbox"/> After Allowance Communication to Group <input type="checkbox"/> Appeal Communication to Board of Appeals and Interferences <input type="checkbox"/> Appeal Communication to Group (Appeal Notice, Brief, Reply Brief) <input type="checkbox"/> Proprietary Information <input type="checkbox"/> Status Letter <input type="checkbox"/> Other Enclosure(s) (please identify below):
Remarks		

RECEIVED  
NOV 15 2002  
TC 2800 MAIL ROOM

SIGNATURE OF APPLICANT, ATTORNEY, OR AGENT	
Firm or Individual name	JUDGE PATENT FIRM
Signature	<i>James W. Judge</i>
Date	October 31, 2002

CERTIFICATE OF MAILING	
I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, Washington, DC 20231 on this date: _____	
Typed or printed name	_____
Signature	_____
Date	_____

Burden Hour Statement: This form is estimated to take 0.2 hours to complete. Time will vary depending upon the needs of the individual case. Any comments on the amount of time you are required to complete this form should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, Washington, DC 20231. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. SEND TO: Assistant Commissioner for Patents, Washington, DC 20231.



#3  
Priority  
6 11 3  
SS

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant : Shigeru Sawada, et al.  
App. No. : 10/065,552  
Filed : October 29, 2002  
Title : WAFER INCLUDING AN In-CONTAINING-  
COMPOUND SEMICONDUCTOR SURFACE LAYER,  
AND METHOD FOR PROFILING ITS CARRIER  
CONCENTRATION  
Group/Art Unit : (To be assigned)  
Examiner : (To be assigned)  
Docket No. : 39.002-AG

Honorable Commissioner of Patents  
Washington, D.C. 20231

RECEIVED  
NOV 15 2002  
TC 2800 MAIL ROOM

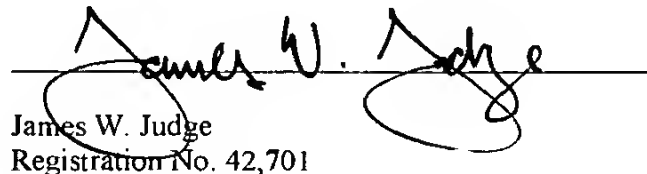
**Submission of Documents in Claiming Priority Right**  
**Under 35 U.S.C. § 1.119(b)**

Sir:

To complete the claim made for the benefit of an earlier foreign filing date on filing the application identified above, Applicants herewith submit a certified copy of **Japanese Patent Application No. 2001-340527, filed November 6, 2001.**

Respectfully submitted,

October 31, 2002

  
James W. Judge  
Registration No. 42,701

**JUDGE PATENT FIRM**  
Jamis Bldg. 2<sup>nd</sup> Fl.  
12-5, 3-Chome Isoshi  
Takarazuka City  
JAPAN 665-0033  
Telephone: 1-800-784-6272  
Facsimile: 1-425-944-5136



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年11月 6日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-340527

[ ST.10/C ]:

[ JP 2001-340527 ]

出 願 人

Applicant(s):

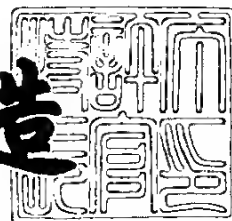
住友電気工業株式会社

RECEIVED  
NOV 15 2002  
TC 2800 MAIL ROOM

2002年 7月22日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3058150

【書類名】 特許願

【整理番号】 1011402

【提出日】 平成13年11月 6日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 27/60

【発明者】

    【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内

    【氏名】 澤田 滋

【発明者】

    【住所又は居所】 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内

    【氏名】 岩▲崎▼ 孝

【特許出願人】

    【識別番号】 000002130

    【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

    【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100064746

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 深見 久郎

【選任した代理人】

    【識別番号】 100085132

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 森田 俊雄

【選任した代理人】

    【識別番号】 100083703

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 仲村 義平

【選任した代理人】

【識別番号】 100091409

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊藤 英彦

【選任した代理人】

【識別番号】 100099922

【弁理士】

【氏名又は名称】 甲田 一幸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008693

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 I nを含む化合物半導体表面層を含むウエハとそのキャリア密度評価方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 I nを含む化合物半導体表面層を含むウエハのキャリア密度をC-V法を利用して評価する方法であって、前記ウエハの表面に液体電極を接触させて、光エッチングを利用することなく10Vを超える電圧までの印加電圧を利用して非破壊的に評価することを特徴とするキャリア密度評価方法。

【請求項 2】 前記液体電極としてEDTA水溶液が用いられることを特徴とする請求項 1 に記載のキャリア密度評価方法。

【請求項 3】 前記EDTA水溶液は80%以上のEDTAを含むことを特徴とする請求項 2 に記載のキャリア密度評価方法。

【請求項 4】 前記液体電極としてタイロン液が用いられることを特徴とする請求項 1 に記載のキャリア密度評価方法。

【請求項 5】 前記液体電極として金属Ga融液が用いられることを特徴とする請求項 1 に記載のキャリア密度評価方法。

【請求項 6】 I nを含む化合物半導体表面層を含むウエハのキャリア密度をC-V法を利用して評価する方法であって、

前記ウエハの表面に金属Ga融液を接触させた後に凝固させて金属Ga電極を形成し、

10Vを超える電圧までの印加電圧を利用してキャリア密度を評価し、

その評価後に前記金属Ga電極が溶融除去されることを特徴とするキャリア密度評価方法。

【請求項 7】 I nを含む化合物半導体表面層を含むウエハであって、そのウエハのキャリア密度が非破壊的に評価されており、前記非破壊的にキャリア密度が評価された後にそのままデバイス加工用に利用し得ることを特徴とする化合物半導体ウエハ。

【請求項 8】 請求項 1 から 6 のいずれかの項に記載の方法によって非破壊的にキャリア密度が評価されていることを特徴とする請求項 7 に記載の化合物半

導体ウエハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は化合物半導体ウエハに関し、特に In を含む化合物半導体ウエハにおけるキャリア密度の評価に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体ウエハ中のキャリア密度を評価する周知の方法としては、大別して、ホール係数を測定する方法と、容量・電圧特性を測定する C-V 法とがある。

【0003】

ホール係数を測定する方法では、その測定用に直方体の試片を半導体ウエハから切り出さなければならず、非破壊的に半導体ウエハ中のキャリア密度を評価することができない。すなわち、半導体デバイスが造り込まれるウエハそのもののキャリア密度を評価することができない。また、ホール係数は試片全体に関するものであり、試片中における局所的なキャリア密度を評価することはできない。

【0004】

C-V 法においては、通常は半導体ウエハ上に金属を蒸着したショットキーダイオードを形成し、直流逆バイアス電圧に微小振幅の交流電圧を重ねて C-V 特性が測定される。半導体ウエハの中で C-V 特性測定用のショットキーダイオードが形成された領域はその後半導体デバイス形成用に利用することができず、通常の C-V 法も非破壊的評価方法とはいえない。

【0005】

また、化合物半導体ウエハに関しては、通常の C-V 法はあまり好ましい方法ではない。なぜならば、化合物半導体ウエハに関しては、ショットキーダイオードの障壁高さが低く、制御され得ない酸化膜の形成、さらには金属と化合物半導体との化学的反応など問題を生じ得るからである。

【0006】

そこで、化合物半導体ウエハにおけるキャリア密度の評価には、電極として電

解液を用いる電気化学的C-V法が利用されている（たとえば、J. E l e c t r o c h e m. S o c. , V o l. 1 3 3, 1 9 8 6, p p. 2 2 7 8 ~ 2 2 8 3 参照）。

【0007】

図2は、従来の電気化学的C-V法を模式的に図解するブロック図である。図2の電気化学的C-V特性測定装置において、容器1内には、たとえばHCl水溶液のような電解液2が満たされている。容器1内には、基準電極としてのカロメル電極3が挿入されている。容器1はリング状の開口部1aを有し、C-V特性が測定されるべき化合物半導体ウエハ4はこの開口部1aを介して電解液2と接触させられ、この電解液2が一方の電極として作用する。化合物半導体ウエハ4には、電極針5が他方の電極として接触させられる。電気的測定器6は、基準電極3と電極針5との間に直流逆バイアス電圧と3000Hz程度の交流重畳電圧を供給し、C-V特性を測定する。

【0008】

化合物半導体ウエハ4が電解液電極2と接している表面から深さwにおけるそのウエハ中のキャリア密度N (cm<sup>-3</sup>)は、次式(1)によって評価することができる。

【0009】

$$N(w) = (-C^3 / q \varepsilon A^2) (dC / dV)^{-1} \quad (1)$$

ここで、wはウエハの表面から空乏層端までの深さを表す。すなわち、N(w)は、ウエハの表面からの深さwにおけるキャリア密度Nを表している。また、Cは直流逆バイアス電圧により測定された容量、qは電子の電気量、εは誘電率、Aは測定面積、そしてdCは重畳された交流電圧変動dVによる容量変動を表している。なお、深さwは、次式(2)から求められる。

【0010】

$$w = \varepsilon A / C \quad (2)$$

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

上述のような電解液電極を用いる電気化学的C-V法においては、10Vを超



えるような逆バイアス電圧を印加しなければ、 $3\mu\text{m}$ 以上の深さにおけるキャリア密度を評価することが困難である。しかし、たとえばHCl水溶液のような電解液電極を用いた場合、 $10\text{V}$ を超えるような高い逆バイアス電圧を印加すれば、電解液の電気分解が始まり、水素や酸素の泡がウエハの表面に付着してC-V特性の測定ができなくなるという問題を生じる。また、あまりに高い電圧を印加すれば、漏れ電流が大きくなったり、電解液の漏れを生じるという問題も起こり得る。

## 【0012】

したがって、従来の電気化学的C-V特性測定装置においては、一般に逆バイアス印加電圧の最大値が $10\text{V}$ に制限されている。その代わりに、 $10\text{V}$ 以下の電圧印加によるC-V特性測定と光エッチングによるウエハ表面の掘り込みとの繰り返しによって、 $3\mu\text{m}$ 以上の深さにおけるキャリア密度を評価している。

## 【0013】

すなわち、図2に示されているように、従来の電気化学的C-V特性測定装置における容器1は受光窓1bを備えている。リング状開口部1aにおいて電解液2に接触しているウエハ表面に光7を照射することによって、電解液2がエッチング液として働き、ウエハ表面が所定深さまで光エッチングによって除去される。そして、そのエッチングによって新たに形成された表面を新たな基準として次のC-V特性測定が行われる。

## 【0014】

このようにC-V特性の測定と光エッチングとを繰り返してキャリア密度を評価する方法においては、そのエッチングに時間を要し、 $2\mu\text{m}$ 程度の深さ方向のキャリア密度分布を評価するためのC-V特性測定に1時間程度を必要とする。また、その光エッチングされた領域はその後に半導体デバイス形成用に利用することができず、従来の電気化学的C-V法も非破壊的評価方法とはいえない。

## 【0015】

さらに、光通信用の受光素子を形成するためのIn含有化合物半導体ウエハは $5\sim 8\mu\text{m}$ 程度の厚さのエピタキシャル層を備えることを必要とし、そのように厚いエピタキシャル層中のキャリア密度をC-V特性測定と光エッチングとの繰

り返しで評価すれば、そのC-V特性測定だけで3～4時間程度を要してしまう。さらにまた、光エッチングを均一に行うことは難しく、高いC-V特性測定精度を得ることが困難である。

## 【0016】

## 【課題を解決するための手段】

上述のような先行技術における課題に鑑み、本発明は、Inを含む化合物半導体ウエハ中のキャリア密度分布を数 $\mu$ m深さまで短時間でかつ高精度で非破壊的に評価する方法を開発するとともに、直接その評価をされたウエハそのものをデバイス作製用に提供することを目的としている。

## 【0017】

本発明の一つの態様によれば、Inを含む化合物半導体表面層を含むウエハのキャリア密度をC-V法を利用して評価する方法は、そのウエハの表面に液体電極を接触させて、光エッチングを利用することなく10Vを超える電圧までの印加電圧を利用して非破壊的にキャリア密度を評価することを特徴としている。

## 【0018】

なお、液体電極としてEDTA水溶液が用いられることが好ましい。また、そのEDTA水溶液は80%以上のEDTAを含むことが好ましい。さらに、液体電極としてタイロン液または金属Ga融液を用いることができる。

## 【0019】

本発明のもう一つの態様によれば、Inを含む化合物半導体表面層を含むウエハのキャリア密度をC-V法を利用して評価する方法は、そのウエハの表面に金属Ga融液を接触させた後に凝固させて金属Ga電極を形成し、10Vを超える電圧までの印加電圧を利用してキャリア密度を評価し、その評価後に金属Ga電極が溶融除去されることを特徴としている。

## 【0020】

本発明の他の態様によれば、Inを含む化合物半導体表面層を含むウエハは、そのウエハのキャリア密度が非破壊的に評価されており、その非破壊的にキャリア密度が評価された後にそのままデバイス加工用に利用し得ることを特徴としている。なお、そのウエハは、上述のいずれの非破壊的なキャリア密度評価法で評

価されたものであってもよい。

【 0 0 2 1 】

【発明の実施の形態】

（実施形態 1）

実施形態 1 によるキャリア密度評価方法においては、改善された電気化学的 C-V 法が利用される。その改善された電気化学的 C-V 法のための C-V 特性測定装置としては、図 2 の装置を改造したものを用いることができる。すなわち、電氣的測定器 6 は、逆バイアス印加電圧として 10 V を超えて 60 V まで印加し得るように改造された。また、本発明では光エッチングを必要としないので、容器 1 の受光窓 1 b は不要である。

【 0 0 2 2 】

電解液 2 としては、EDTA（エチレンジアミン四酢酸）水溶液が用いられる。この電解液は、80 質量%以上の EDTA を含むことが好ましい。なぜならば、高い電圧を印加したときの水分の電気分解を抑制することができるからである。

【 0 0 2 3 】

本実施形態にしたがって、実際に、光通信用デバイスの作製用に用いられる化合物半導体ウエハにおけるキャリア密度分布が評価された。その化合物半導体ウエハは、InP 基板上に順にエピタキシャル成長させられた厚さ約  $1\ \mu\text{m}$  の InP 層、厚さ約  $3\ \mu\text{m}$  の InGaAs 層、および厚さ約  $2\ \mu\text{m}$  の InP 層を含んでいた。これらのエピタキシャル層のいずれにも、 $1 \times 10^{16}\ \text{cm}^{-3}$  以下のドーパントが含まれていた。図 1 のグラフは、この化合物半導体ウエハにおけるキャリア密度分布の評価結果を示している。

【 0 0 2 4 】

すなわち、図 1 のグラフにおいて横軸は化合物半導体ウエハのエピタキシャル層表面から空乏層端までの深さ  $w\ (\mu\text{m})$  を表し、縦軸はその深さ  $w$  におけるキャリア密度  $N\ (\text{cm}^{-3})$  を常用対数で表している。このグラフにおいて、いずれのエピタキシャル層も  $1 \times 10^{16}\ \text{cm}^{-3}$  以下のキャリア密度を有していることが確認できる。また、ウエハ表面から  $2\ \mu\text{m}$  と  $5\ \mu\text{m}$  の深さにあるヘテロ接合界面

の位置に対応して、キャリア密度のピーク（突き出し）が形成されていることが確認できる。なお、グラフにおいてウエハ表面から約  $1\ \mu\text{m}$  の深さまでキャリア密度評価曲線が存在しないのは、その深さまで表面空乏層が存在しているためである。

## 【0025】

図1の評価データは、約10分の測定によって得ることができた。そして、図1のデータは、HC1水溶液を用いて光エッチングしながら3時間かけて評価されたものとほぼ同じであった。他方、本発明では光エッチングを要しないので、エッチングむらが生じた場合に測定個所を変える必要が生じるということがない。そして、エッチングむらによる評価ミスをなくすることができる。

## 【0026】

なお、本実施形態において光照射しなくても、実際には厚さ  $0.1\ \text{nm}$  オーダのわずかなエッチングが観測された。しかし、そのようにわずかなエッチングは実用上においてデバイス加工に影響しないことが、デバイス評価によって確認された。すなわち、本発明によるキャリア密度評価方法は非破壊的であり、直接評価されたウエハそのものをデバイス作製用に供することができる。

## 【0027】

## （実施形態2）

実施形態2は実施形態1に類似しているが、電解液電極がEDTA水溶液からタイロン水溶液に変更されたことのみにおいて実施形態1と異なっている。なお、タイロンとは、 $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})_2(\text{SO}_3\text{Na})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ の分子式を有するものである。

## 【0028】

従来技術において、タイロン水溶液電極を用いて光エッチングしながら、GaAs系化合物半導体ウエハ中のキャリア密度が評価されることがある。しかし、InP系化合物半導体はタイロン水溶液で光エッチングすることができないので、InP系化合物半導体ウエハ中のキャリア密度評価のためにタイロン水溶液が用いられることはなかった。

## 【0029】

しかし、本発明者は I n P 系化合物半導体がタイロン水溶液で光エッチングされないことを逆に利用して、I n P 系化合物半導体ウエハ表面から大きな深さまでのキャリア密度評価を非破壊的に行うことに成功したのである。

【0030】

(実施形態3)

実施形態3は実施形態1および2に類似しているが、電解液電極が金属Ga融液電極に変更されたことのみにおいて実施形態1および2と異なっている。

【0031】

金属Gaは、29℃というような非常に低い融点を有しているので、化合物半導体ウエハに影響を生じない液体電極として利用することができる。なお、液体金属電極として水銀を利用することも考えられるが、水銀は人体に対する毒性が危惧され、安全上の観点から取り扱いに問題を生じやすく、液体電極として好ましいとはいえない。

【0032】

(実施形態4)

実施形態4は、電極として金属Gaが利用されることにおいて実施例3に類似している。しかし、実施形態4においては、図2に示されているような容器1を必要としない。

【0033】

実施形態4のキャリア密度評価法においては、まず金属Ga融液がスポンジ状保持材内に含浸させられる。そして、その保持材が化合物半導体ウエハ表面に接触させられる。そうすれば、ウエハ表面はスポンジ状保持材内に含浸されている金属Ga融液に濡れて接触する。そして、この状態で金属Ga融液が凝固させられて、化合物半導体ウエハ表面上にスポンジ状保持材を伴う固形の金属Ga電極が形成される。

【0034】

固形金属Ga電極を用いて化合物半導体ウエハ内のキャリア密度評価が行われた後には、その固形金属Ga電極が再度溶融させられ、ウエハ表面から除去される。そして、金属Ga電極が除去されたウエハそのものをデバイス作製用に供す

ることができる。すなわち、本実施形態においても、化合物半導体ウエハ中のキャリア密度評価を非破壊的に行うことができる。

【 0 0 3 5 】

【発明の効果】

以上のように、本発明によれば、 $I_n$ を含む化合物半導体ウエハ中のキャリア密度分布を数 $\mu m$ 深さまで短時間でかつ高精度で非破壊的に評価することができ、直接その評価をされたウエハそのものをデバイス作製用に提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の一実施形態による化合物半導体ウエハ内のキャリア密度評価結果を示すグラフである。

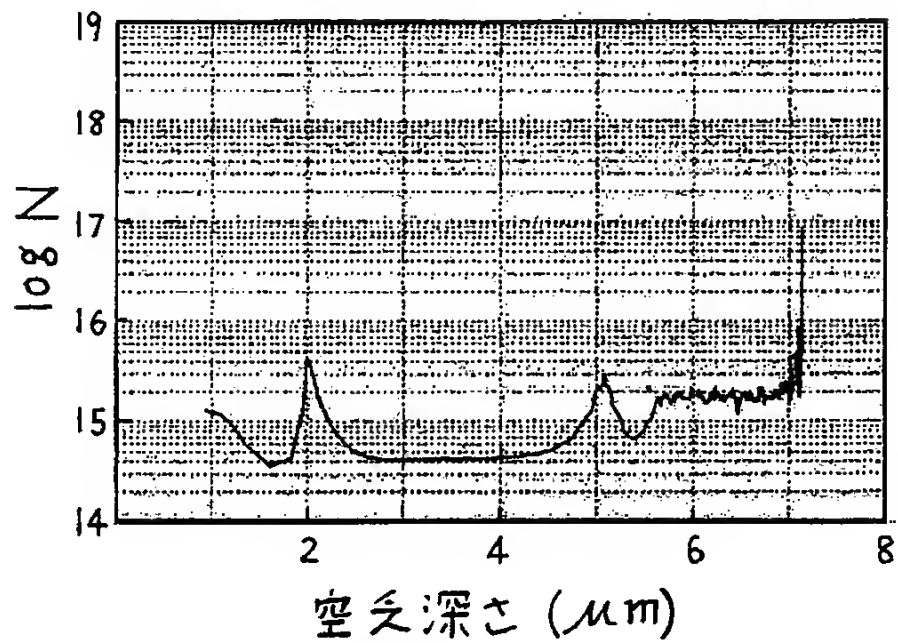
【図 2】 従来の C - V 特性測定装置の一例を示す模式的なブロック図である。

【符号の説明】

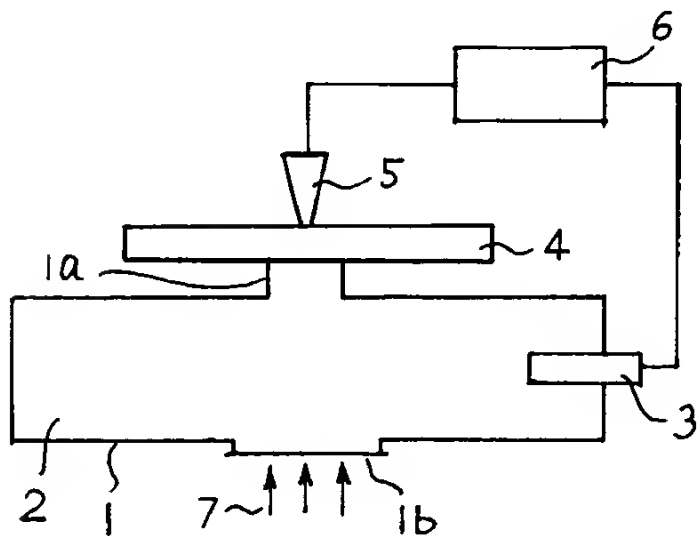
1 容器、1 a リング状開口部、1 b 受光窓、2 電解液電極、3 基準電極、4 化合物半導体ウエハ、5 電極針、6 電氣的測定装置。

【書類名】 図面

【図1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】  $I_n$  を含む化合物半導体ウエハのキャリア密度を非破壊的に評価する方法を提供し、その評価されたウエハ自体を半導体デバイス用途に使用することを可能にする。

【解決手段】  $I_n$  を含む化合物半導体表面層を含むウエハのキャリア密度をC-V法を利用して評価する方法は、そのウエハの表面に液体電極を接触させて、光エッチングを利用することなく10Vを超える電圧までの印加電圧を利用して非破壊的にキャリア密度を評価することを特徴としている。

【選択図】 図1



特2001-340527

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002130]

1. 変更年月日 1990年 8月29日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

氏 名 住友電気工業株式会社